

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

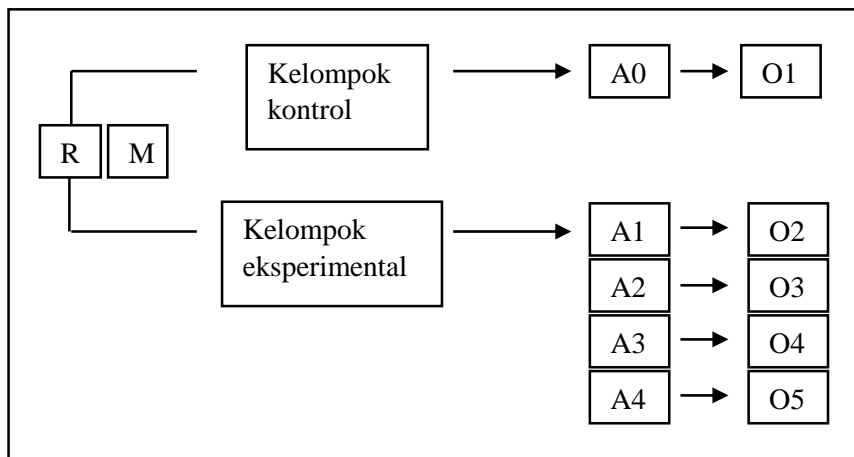
#### **3.1 Jenis dan Rancangan Penelitian**

##### **3.1.1 Jenis Penelitian**

Penelitian ini merupakan penelitian eksperimen dengan pendekatan kuantitatif yang bertujuan untuk menguji hubungan sebab dan akibat dalam sistem tertutup atau kondisi yang terkendali. Jenis penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian eksperimen sesungguhnya (*True Experimental Research*). Sugiyono (2011), menyebutkan bahwa dalam penelitian eksperimen sesungguhnya, peneliti dapat mengontrol semua variabel luar yang mempengaruhi jalannya eksperimen. Ciri utama dari penelitian eksperimen sesungguhnya ialah, sampel dan kelompok kontrol dipilih secara acak dari populasi tertentu.

##### **3.1.2 Rancangan Penelitian**

Rancangan penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah *The Posttest Only Control Group Design*. Ciri-ciri rancangan ini iadalah dalam percobaan terdapat dua kelompok perlakuan yang masing-masing dipilih secara acak. Kelompok pertama diberi perlakuan dan kelompok lainnya tidak diberi perlakuan. Kelompok yang diberi perlakuan disebut sebagai kelompok eksperimental dan kelompok yang tidak diberi perlakuan disebut sebagai kelompok kontrol. Skema rancangan penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.1



**Gambar 3.1 Skema rancangan penelitian**

### 3.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama satu bulan pada bulan Mei tahun 2018. Pengambilan sampel dilakukan di Pabrik Tahu Adma Tegalgongo, Kota Malang. Sampel yang diambil merupakan limbah cair tahu sebelum dibuang ke badan air. Pengambilan limbah cangkang bekicot dilakukan di *home industry* pengolahan bekicot di Kota Malang. Pembuatan kitosan dan perlakuan koagulasi dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Muhammadiyah Malang, sedangkan pengujian parameter kualitas air dilakukan di laboratorium Perum Jasa Tirta, Malang.

### 3.3 Populasi, Teknik Sampling, dan Sampel

#### 3.3.1 Populasi

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair tahu yang diperoleh dari sisa proses pengolahan tahu di Pabrik Tahu Adma Tegalgongo, Kota Malang.

### 3.3.2 Teknik Sampling

Teknik pengambilan sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Simple Random Sampling*, yaitu pengambilan sampel dilakukan secara acak dan sederhana tanpa memperhatikan strata yang ada dalam populasi. Hal ini dilakukan karena setiap individu atau unit anggota dari populasi mempunyai kesempatan yang sama untuk dipilih menjadi sampel.

### 3.3.3 Sampel

Sampel dari penelitian ini adalah limbah cair tahu yang telah diberi perlakuan kitosan dari limbah cangkang bekicot. Jumlah sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah 25 sampel limbah cair tahu dengan empat kelompok perlakuan, satu kelompok kontrol dan masing-masing kelompok terdiri atas lima kali ulangan. Berikut ini adalah rumus untuk menentukan jumlah sampel:

$$(t-1)(r-1) \geq 15$$

Dimana  $t$  = jumlah perlakuan

$r$  = jumlah pengulangan

$n$  = jumlah sampel

$$(t-1)(r-1) \geq 15$$

Maka,  $n = t \times r$

$$(5-1)(r-1) \geq 15$$

$$n = 5 \times 5$$

$$5r-5-r-1 \geq 15$$

$$n = 25 \text{ sampel}$$

$$4r-4 \geq 15$$

$$4r \geq 19$$

$$r \geq 4,75$$

### **3.4 Variabel Penelitian**

#### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah dosis kitosan limbah cangkang bekicot.

#### **3.4.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat dalam penelitian ini kualitas limbah cair tahu yang meliputi nilai TSS, pH, BOD, dan COD.

#### **3.4.3 Variabel Kontrol**

Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah jenis cangkang, jenis limbah cair, kecepatan pengadukan, dan lama pengendapan.

### **3.5 Definisi Operasional Variabel**

Definisi operasional variabel digunakan untuk menghindari kesalahan makna dalam tiap variabel yang digunakan dalam penelitian ini. Definisi operasional variabel dalam penelitian ini ialah:

1. Kitosan limbah cangkang bekicot dimanfaatkan sebagai biokoagulan dengan berbagai dosis. Dosis kitosan dibuat dengan cara melarutkan kitosan dalam asam asetat 1% dan dinyatakan dalam satuan miligram per liter (mg/L). Dosis yang digunakan adalah 0 mg/L sebagai kelompok kontrol, dan 150 mg/L, 200 mg/L, 250 mg/L, dan 300 mg/L sebagai kelompok perlakuan. Dosis yang digunakan mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Nasution *et al.*, (2015).

2. Kualitas limbah limbah cair tahu diukur dengan parameter fisika dan kimia. Parameter tersebut mengacu pada PERGUB JATIM Nomor 72 Tahun 2013 tentang Baku Mutu Air Limbah Bagi Industri dan/atau Kegiatan Usaha Lainnya.

- a. Parameter fisika

Parameter fisika yang digunakan adalah nilai TSS. Parameter TSS diukur dengan menggunakan metode Gravimetri.

- b. Parameter kimia

Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. Pengukuran nilai BOD dilakukan dengan menggunakan metode Winkler sedangkan metode pengukuran COD dilakukan dengan menggunakan peralatan khusus reflux, penggunaan asam pekat, pemanasan, dan titrasi.

3. Jenis cangkang yang digunakan dalam penelitian ini adalah cangkang bekicot (*Achatina fulica*) yang diperoleh dari *home industry* pengolahan bekicot di Kota Malang
4. Jenis limbah yang digunakan adalah limbah cair tahu yang berasal dari Pabrik Tahu Adma Tegalgondo, Kota Malang.
5. Kecepatan pengadukan limbah cair yang telah dicampur kitosan limbah cangkang bekicot diatur menggunakan *magnetic stirrer*. Kecepatan pengadukan yang digunakan adalah 100 rpm selama satu menit untuk pengadukan cepat dan 40 rpm selama tiga menit untuk pengadukan lambat dengan lama pengendapan selama 60 menit. Hal tersebut mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Nasution *et al.*, (2015).

### 3.6 Rancangan Percobaan

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) *non* faktorial. Perlakuan yang digunakan adalah sebagai berikut:

A0 = 900 mL limbah cair tahu + 0 mg/L kitosan cangkang bekicot (100 mL)

A1 = 900 mL limbah cair tahu + 150 mg kitosan cangkang bekicot (100 mL)

A2 = 900 mL limbah cair tahu + 200 mg/L kitosan cangkang bekicot (100 mL)

A3 = 900 mL limbah cair tahu + 250 mg/L kitosan cangkang bekicot (100 mL)

A4 = 900 mL limbah cair tahu + 300 mg/L kitosan cangkang bekicot (100 mL)

Ragam unit eksperimen pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

A0 → A0<sub>1</sub>, A0<sub>2</sub>, A0<sub>3</sub>, A0<sub>4</sub>, A0<sub>5</sub>

A1 → A1<sub>1</sub>, A1<sub>2</sub>, A1<sub>3</sub>, A1<sub>4</sub>, A1<sub>5</sub>

A2 → A2<sub>1</sub>, A2<sub>2</sub>, A2<sub>3</sub>, A2<sub>4</sub>, A2<sub>5</sub>

A3 → A3<sub>1</sub>, A3<sub>2</sub>, A3<sub>3</sub>, A3<sub>4</sub>, A3<sub>5</sub>

A4 → A4<sub>1</sub>, A4<sub>2</sub>, A4<sub>3</sub>, A4<sub>4</sub>, A4<sub>5</sub>

Penentuan denah Rancangan Acak Lengkap *non* faktorial dilakukan secara acak dengan metode undian karena setiap petak memiliki sifat yang homogen. Denah yang digunakan pada penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.2.

A2 <sub>1</sub>	A4 <sub>1</sub>	A1 <sub>5</sub>	A3 <sub>5</sub>	A2 <sub>2</sub>
A2 <sub>5</sub>	A0 <sub>1</sub>	A4 <sub>2</sub>	A0 <sub>5</sub>	A1 <sub>2</sub>
A1 <sub>3</sub>	A2 <sub>4</sub>	A3 <sub>1</sub>	A1 <sub>4</sub>	A4 <sub>4</sub>
A0 <sub>2</sub>	A3 <sub>3</sub>	A4 <sub>5</sub>	A0 <sub>4</sub>	A3 <sub>2</sub>
A3 <sub>4</sub>	A0 <sub>3</sub>	A4 <sub>3</sub>	A1 <sub>1</sub>	A2 <sub>3</sub>

Gambar 3.2 Denah Rancangan Acak Lengkap *non* faktorial

### 3.7 Prosedur Penelitian

#### 3.7.1 Tahap Persiapan

Tahap persiapan penelitian yang perlu untuk dilakukan adalah mempersiapkan alat dan bahan. Adapun alat dan bahan yang digunakan dalam pembuatan kitosan dari limbah cangkang bekicot ditunjukkan pada Tabel 3.1, kemudian alat dan bahan

yang digunakan pada proses koagulasi dan flokulasi limbah cair tahu ditunjukkan pada Tabel 3.2. Adapun alat dan bahan yang digunakan dalam uji kualitas limbah cair tahu ditunjukkan pada Tabel 3.3.

**Tabel 3.1 Alat dan bahan pembuatan kitosan dari limbah cangkang bekicot**

Alat	Jumlah	Bahan	Jumlah
1. <i>Blender</i>	1 buah	1. Cangkang bekicot	100 gram
2. Beaker glass (1000 mL)	1 buah	2. NaOH 3%	2000 mL
3. Timbangan analitik	1 buah	3. Aquades	1000 mL
4. Oven	1 buah	4. HCl 1 N	1000 mL
5. Ayakan 100 mesh	1 buah	5. NaOH 50%	1000 mL
6. Nampan	1 buah		
7. Kertas saring	0,5 meter		
8. pH meter	1 buah		
9. <i>Magnetik stearer</i>	1 buah		
10. Kompor listrik	1 buah		
11. Gelas ukur	1 buah		
12. Pipet tetes	3 buah		
13. Kertas label	25 buah		

**Tabel 3.2 Alat dan bahan proses koagulasi dan flokulasi**

Alat	Jumlah	Bahan	Jumlah
1. Beaker glass (1000 ml)	25 buah	1. Kitosan cangkang bekicot	10 gram
2. Timbangan analitik	1 buah	2. Aquades	1000 mL
3. <i>Magnetik stearer</i>	5 buah	3. Asam asetat 1%	1000 mL
4. Gelas ukur	1 buah	4. Limbah cair tahu	30 L
5. Labu ukur	1 buah		
6. Botol aqua 1,5 L	25 buah		
7. Pipet tetes	1 buah		
8. <i>Stopwatch</i>	1 buah		
9. Jurigen 30 L	1 buah		
10. Corong plastik	1 buah		
11. Kertas label	25 buah		

Tabel 3.3 Alat dan bahan uji kualitas air

Alat	Jumlah	Bahan	Jumlah
1. pH meter	1 buah	1. Kertas saring	25 lembar
2. Termometer	1 buah	2. $\text{MnSO}_4$	50 mL
3. Oven	1 buah	3. KOH – KI	50 mL
4. Timbangan analitik	1 buah	4. $\text{H}_2\text{SO}_4$	50 mL
5. Desikator	1 buah	5. Amilum	10 mL
6. Botol BOD	50 buah	6. $\text{Na}_2\text{SO}_2\text{O}_3$	100 mL
7. Lemari inkubasi	1 buah	7. $\text{HgSO}_4$	100 gram
8. Labu ukur	5 buah	8. Batu didih	100 gram
9. DO meter	1 buah	9. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	100 mL
10. Pipet tetes	5 buah	10. $\text{H}_2\text{SO}_4$ – $\text{AgSO}_4$	100 mL
11. Erlenmeyer	25 buah	11. Aquades	1000 mL
12. Hot plate	1 buah	12. Indikator ferroin	50 mL
13. Pendingin Liebig	25 buah	13. FAS	100 mL
14. Buret 50 mL	25 buah		
15. Beaker glass	25 buah		
16. Penjepit kayu	5 buah		

### 3.7.2 Tahap Pelaksanaan

Langkah-langkah pelaksanaan penelitian pengaruh kitosan limbah cangkang bekicot sebagai biokoagulan terhadap kualitas limbah cair tahu adalah:

#### 1. Membuat Kitosan Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

- a. Mengumpulkan limbah cangkang bekicot dari *home industry* pengolahan bekicot di Kota Malang, kemudian mencuci cangkang tersebut hingga bersih.

Tahap selanjutnya ialah mengeringkan cangkang dalam oven pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 24 jam, setelah itu menghaluskan cangkang dengan *blender* dan mengayak cangkang dengan ayakan 100 mesh.

- b. Membuat kitosan dari cangkang bekicot melalui 3 proses yaitu:

Proses deproteinasi dilakukan dengan cara:

1. Melarutkan 100 gram serbuk cangkang bekicot dalam NaOH 3% dengan perbandingan 1:6 (b/v), kemudian memanaskannya dengan kompor listrik



dengan suhu 85°C sambil mengaduknya dengan *magnetic stirer* selama 30 menit.

2. Menyaring dan mencuci padatan yang diperoleh dengan aquades sampai pH netral, kemudian mengeringkannya padatan dalam oven dengan suhu 100 °C selama 24 jam.

Proses demineralisasi dilakukan dengan cara:

3. Melarutkan padatan hasil deproteinasi dalam larutan HCl 1 N dengan perbandingan 1:15 (b/v), kemudian memanaskannya dengan kompor listrik dengan suhu 75°C sambil mengaduknya dengan *magnetic stirer* selama 1 jam.
4. Menyaring dan mencuci padatan yang diperoleh dengan aquades sampai pH netral, kemudian mengeringkannya padatan dalam oven dengan suhu 100 °C selama 24 jam.

Proses deasetilasi dilakukan dengan cara:

5. Melarutkan kitin hasil demineralisasi dalam larutan NaOH 50% dengan perbandingan 1:10 (b/v), kemudian memanaskannya dengan kompor listrik dengan suhu 85°C sambil mengaduknya dengan *magnetic stirer* selama 1 jam.
6. Menyaring dan mencuci padatan kitosan yang diperoleh dengan aquades sampai pH netral, kemudian mengeringkannya padatan dalam oven dengan suhu 100 °C selama 24 jam.

## 2. Membuat Dosis Kitosan Limbah Cangkang Bekicot (*Achatina fulica*)

- a. Melarutkan 1 gram kitosan limbah cangkang bekicot dalam 100 mL asam asetat 1% untuk mendapatkan 10.000 mg/L kitosan induk (1% b/v), kemudian mengaduknya dengan *magnetic stirrer* selama  $\pm 2$  jam.
- b. Membuat dosis kitosan 150 mg/L, 200 mg/L, 250 mg/L dan 300 mg/L dengan cara mengambil masing – masing 15, 20, 25, dan 30 mL dari kitosan induk kemudian menambahkan aquades sampai batas takar labu ukur 100 ml.

## 3. Mengaplikasikan Koagulan Kitosan Limbah Cangkang Bekicot dalam Limbah Cair Tahu

- a. Meyiapkan limbah cair tahu yang berasal dari proses produksi limbah tahu di Pabrik Tahu Adma sebanyak 30 Liter kemudian memasukkan limbah cair tahu dalam setiap 25 *beaker glass* (1000 mL) sebanyak 900 mL.
- b. Memasukkan dosis kitosan 0 mg/L, 150 mg/L, 200 mg/L, 250 mg/L dan 300 mg/L pada tiap *beaker glass* pada masing-masing perlakuan.
- c. Melakukan proses pengadukan cepat 100 rpm selama satu menit dan pengadukan lambat 40 rpm selama 60 menit dengan *magnetic stirrer*
- d. Mengendapkan flok selama 30 menit.

### 3.7.3 Tahap Pengamatan

#### 1. pH

Pada pengambilan data pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. Pengukuran dilakukan dengan mencelupkan pH meter pada *beaker glass* yang berisi sampel limbah tahu.

## 2. TSS

Memaskan kertas saring (whatman grade 42 dengan diameter 90 mm dan memiliki pori 2  $\mu\text{m}$ ) dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam kemudian mendinginkannya dalam desikator. Tahap selanjutnya menimbang berat awal kertas saring. Mengambil sampel limbah cair tahu yang telah dikoagulasi sebanyak 100 mL dengan gelas ukur kemudian menyaring sampel tersebut dengan kertas saring. Memaskan kertas saring dan residu di dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam kemudian mendinginkannya dalam desikator. Tahap akhir menimbang berat akhir kertas saring dan menghitung nilai TSS.

$$TSS = \frac{A - B \times 1000}{C}$$

A = berat filter dan residu setelah pemanasan 105°C (mg)

B = berat filter kering sesudah pemanasan 105°C (mg)

C = volume sampel (mL)

## 3. BOD

Mengambil sampel limbah cair tahu yang telah terkoagulasi kemudian ditambahkan pengencer. Memasukkan sampel ke dalam dua botol BOD 300 mL hingga meluap, hindari terjadinya turbulensi dengan gelembung udara selama pengisian. Sampel dalam botol pertama untuk pengujian  $\text{DO}_0$  dan sampel dalam botol kedua dimasukkan ke dalam lemari inkubasi selama lima hari dengan suhu 20°C untuk pengujian  $\text{DO}_5$ .

Menguji  $\text{DO}_1$  dan  $\text{DO}_5$  dilakukan dengan menambahkan 1 mL  $\text{MnSO}_4$ , 1 mL  $\text{KOH} - \text{KI}$  pada sampel, kemudian kocok larutan tersebut hingga terbentuk endapan. Menambahkan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, kocok larutan tersebut hingga

endapan hilang. Mengambil 100 mL dan menampunya dalam erlenmeyer dan menambahkan 3-4 tetes amilum. Mentitrasi sampel dengan  $\text{Na}_2\text{SO}_2\text{O}_3$  hingga sampel berubah warna menjadi jernih. Melakukan langkah yang sama terhadap blanko (larutan pengencer) sesuai perlakuan sampel.

$$BOD_5 = \frac{(A_1 - A_2) - \left( \frac{(B_1 - B_2)}{V_B} \right) V_C}{P}$$

$A_1$  = kadar  $\text{O}_2$  terlarut sampel sebelum inkubasi (0 hari) (mg/L)

$A_2$  = kadar  $\text{O}_2$  terlarut sampel setelah inkubasi (5 hari) (mg/L)

$B_1$  = kadar  $\text{O}_2$  terlarut blanko sebelum inkubasi (0 hari) (mg/L)

$B_2$  = kadar  $\text{O}_2$  terlarut blanko setelah inkubasi (5 hari) (mg/L)

$V_B$  = volume suspensi mikroba (mL) dalam botol DO blanko

$V_C$  = volume suspensi mikroba (mL) dalam botol sampel

$P$  = perbandingan volume sampel ( $V_1$ ) per volume total ( $V_2$ )

#### 4. COD

Memasukkan 10 mL sampel limbah cair tahu ke dalam gelas erlenmeyer 250 mL kemudian menambahkan 0,2 serbuk  $\text{HgSO}_4$  dan beberapa batu didih. Menambahkan 5 mL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  0,25 N dan 15 ml  $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{Ag}_2\text{SO}_4$ . Proses refluk dilakukan dengan menghubungkan erlenmeyer dengan pendingin *Liebig* dan mendidihkan larutan di atas *hot plate* selama 2 jam. Mendinginkan dan mencuci bagian dalam dari pendingin dengan aquades hingga volume sampel 70 mL. Mendinginkan sampel hingga temperatur kamar kemudian menambahkan 2-3 tetes indikator ferroin. Selanjutnya mentitrasi larutan dengan fero ammonium sulfat (FAS) 0,1 N. Mencatat kebutuhan larutan FAS yang digunakan hingga sampel berubah warna menjadi merah kecoklatan. Melakukan langkah yang sama terhadap aquades sebagai blanko.

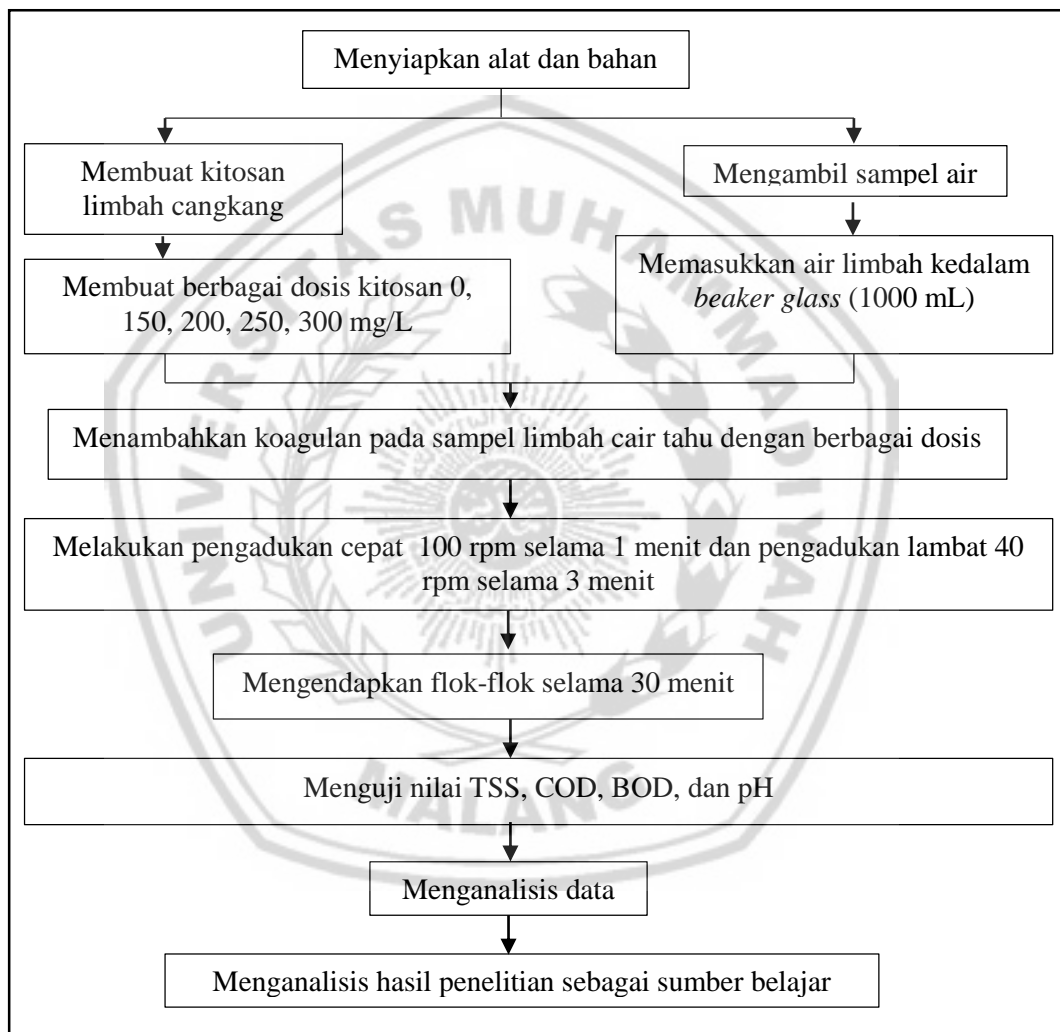
$$COD = \frac{(A - B)(N)(8000)}{volume\ contoh - uji}$$

A = volume larutan FAS yang dibutuhkan untuk blangko (mL)

B = volume larutan FAS yang dibutuhkan oleh contoh (mL)

N = normalitas larutan FAS

### 3.8 Kerangka Kerja Penelitian



Gambar 3.3 Kerangka kerja penelitian

### 3.9 Metode Pengumpulan Data

#### 3.9.1 Teknik Pengumpulan Data

Teknik pengumpulan data yang digunakan dalam penelitian ini adalah observasi. Observasi dilakukan dengan cara mengumpulkan data peningkatan kualitas limbah cair tahu yang telah diberi perlakuan berbagai macam dosis kitosan limbah cangkang bekicot pada proses koagulasi. Data yang diamati meliputi warna, bau, suhu, pH, TSS, COD, dan BOD.

#### 3.9.2 Instrumen Penelitian

**Tabel 3.4 Instrumen penelitian**

Dosis Kitosan	Parameter Uji			
	pH	TSS (mg/L)	BOD (mg/L)	COD (mg/L)
0 mg/L				
150 mg/L				
200 mg/L				
250 mg/L				
300 mg/L				

#### 3.10 Teknik Analisis Data

Data yang diperoleh adalah data kualitas limbah cair tahu meliputi besarnya kadar COD, BOD, pH, TSS. Data hasil penelitian dengan parameter TSS, pH, COD dan BOD dianalisis dengan menggunakan Anova Satu Jalan (*One Way Anova*) dengan tingkat ketelitian 0,05 untuk mengetahui adanya pengaruh dosis kitosan limbah cangkang bekicot terhadap peningkatan kualitas limbah cair tahu. Setelah hasil dinyatakan signifikan dengan hasil uji mempunyai nilai lebih besar daripada 0,05 maka dilanjutkan dengan uji Duncan untuk mencari perlakuan yang terbaik dalam meningkatkan kualitas limbah cair tahu. Sebelum dilakukan uji hipotesis, data diuji terlebih dahulu dengan Kolmogorov Smirnov dan Levene Test untuk

mengetahui kenormalan dan kehomogenan data. Apabila data tidak berdistribusi normal dan data tidak homogen, maka dilakukan uji statistik nonparametrik dengan Uji Kruskal-Wallis. Uji Kruskal-Wallis ini digunakan sebagai alternatif apabila Uji *One Way Anova* tidak dapat dilakukan karena data tidak berdistribusi normal.

